Verfahren zur Reduzierung des Kalkverbrauches bei der Zuckerrübensaft-Reinigung

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren zur Extraktreinigung von Zuckerrüben-Rohsaft, insbesondere ein Verfahren zur Reduzierung des Kalkverbrauches während der Extraktreinigung von Zuckerrüben-Rohsaft, ein Verfahren zur Herstel-10 lung eines nährstoffreichen Nicht-Saccharose-Konzentrates aus Zuckerrüben-Rohsaft, das so hergestellte Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat, Verwendungen des Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates sowie eine Vorrichtung zur Vorkalkung von Zuckerrüben-Rohsaft und/oder 15 zur Gewinnung Nichtdes Saccharosestoff-Konzentrates.

Herkömmlicherweise wird Zucker aus Rüben gewonnen, indem die geernteten Rüben zunächst gereinigt werden, wobei sie von einem Großteil der noch anhaftenden Erde sowie von Blattresten befreit werden. 20 Nach Passieren einer Wäsche werden die Rüben durch Schneidemaschinen zu bleistiftstarken Schnitzeln gehobelt. Aus den Schnitzeln erfolgt die Zuckergewinnung durch Gegenstrom-Extraktion unter Verwendung von heißem, leicht angesäuertem Wasser mit ei-25 nem pH-Wert von etwa 5,5 bis 5,8. Durch das Ansäuern der Extraktionsflüssigkeit wird die Filtration des Zuckerrüben-Rohsaftes sowie die Abpressbarkeit der extrahierten Schnitzel begünstigt. Der bei der Extraktion gewonnene Zuckerrüben-Rohsaft wird an-30

schließend einer Extraktreinigung zugeführt. Üblicherweise erfolgt die Extraktreinigung mit Hilfe der sogenannten Kalk-Kohlensäure-Extraktreinigung in Form einer Vorkalkung und Hauptkalkung sowie einer ersten und zweiten Carbonatation und der Abtrennung des Niederschlages nach der ersten und zweiten Carbonatation. Die Extraktreinigung hat die Aufgabe, die im Zuckerrüben-Rohsaft enthaltenen Nicht-Saccharose-stoffe, insbesondere hochmolekulare Stoffe, weitestgehend zu entfernen. Die zu entfernenden Nichtsaccharose-Stoffe sollen dabei möglichst nicht abgebaut werden, so dass keine zusätzlichen niedermolekularen Stoffe in den Extrakt oder Zuckerrüben-Rohsaft gelangen.

5

10

In der Vorkalkung wird der Zuckerrüben-Rohsaft un-15 ter schonenden Bedingungen schrittweise durch Zugabe von Kalkmilch alkalisiert. Dabei wird der pH-Wert des Zuckerrüben-Rohsaftes im Vorkalkungsreaktor stufenweise auf etwa 11,5 angehoben. Die Vorkalkung erfolgt unter Zugabe definierter Mengen an 20 Calciumhydroxid (Kalkmilch), wobei die Alkalität des Saftes am Ende der Vorkalkung etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Zuckerrüben-Rohsaft beträgt. Infolge der Alkalisierung des Zuckerrüben-Rohsaftes kommt es zu einer Neutralisierung der im Extrakt vorhan-25 denen organischen und anorganischen Säuren sowie zu Ausfällungsreaktionen der Anionen, die mit Calcium unlösliche oder schwer lösliche Salze bilden. So werden beispielsweise Phosphat, Oxalat, Citrat und Sulfat weitestgehend abgeschieden. Darüber hinaus 30 koagulieren kolloidal gelöste Nicht-Saccharosestoffen und werden ausgefällt. Die Ausfällung einzelner Inhaltsstoffe, beispielsweise von Anionen

-3-

wie Oxalat, Phosphat, Citrat, Sulfat oder von Kolloiden wie Pektin und Eiweißstoffen, erfolgt innerhalb bestimmter pH-Bereiche. Innerhalb dieser pH-Bereiche findet gleichzeitig eine Verdichtung des Niederschlages statt. Durch die Zugabe von Kalkmilch während der Vorkalkung kommt es auch zu einer Koagulation von Proteinen.

5

Die Aufgabe der anschließend durchgeführten Hauptkalkung besteht insbesondere im chemischen Abbau von Invertzucker und Säureamiden, der andernfalls 10 im Bereich der Safteindickung unter Bildung von Säuren ablaufen würde. In der Hauptkalkung wird die Temperatur auf etwa 85°C angehoben und die Alkalität des Zuckerrüben-Rohsaftes wird durch die Zugabe 15 von Kalkmilch deutlich erhöht, nämlich auf etwa 0,8 bis 1,1 g CaO/100 ml Saft. Die in der Hauptkalkung angestrebten Prozesse laufen im klassischen Verfahren nur unter derart drastischen Bedingungen ab. Der in der Hauptkalkung im Überschuss zugesetzte Kalk spielt auch bei der ersten und zweiten Carbo-20 natation eine große Rolle. Durch Umsetzung zu Calciumcarbonat wird ein starkes Adsorptionsmittel für eine Reihe löslicher Nicht-Saccharosestoffe und auch ein geeignetes Filterhilfsmittel bereitgestellt. Der im Hauptkalkungsprozess nicht ver-25 brauchte Kalk wird durch Einleiten von Kohlendioxid als Carbonatationsgas in den beiden Carbonatationsschritten zu Calciumcarbonat umgesetzt. Die Carbonatation erfolgt in zwei Stufen. In der ersten Stufe der Carbonatation erfolgt eine Gaseinleitung 30 bis zu einem pH-Wert von etwa 11,2 bis 10,6, was einer Alkalität von 0,10 bis 0,06 g CaO/100 ml Filtrat der ersten Carbonatation entspricht. Bei

-4-

der ersten Carbonatation werden die ausgefällten und ausgeflockten Nicht-Saccharosestoffe und ein Teil der im Zuckerrüben-Rohsaft enthaltenen Farbstoffe adsorbtiv an das gebildete Calciumcarbonat gebunden. Der in der ersten Carbonatation erhaltene sogenannte erste Schlammsaft wird über Eindickfilter (Kerzenfilter) filtriert oder Dekanteure geleitet und dabei zu Schlammsaftkonzentrat eingedickt. Dabei werden die ausgefällten und ausgeflockten, an Calciumcarbonat gebundenen Nicht-Saccharosestoffe 10 aus dem Saft entfernt. Üblicherweise schließt sich an die erste Carbonatation eine Nachkalkung an, wobei der Saft mit etwas Kalkmilch versetzt wird und dann in der zweiten Carbonatation weiter carbonatiert wird. Auch in der zweiten Carbonatationsstufe 15 wird Carbonatationsgas zugeführt, wobei die einzustellende Alkalität, die sogenannte optimale Alkalität bei 0,025 bis 0,010 g CaO/100 ml Filtrat der zweiten Carbonatation liegt. Die Alkalität entspricht einem pH-Wert von etwa 9,0 bis 9,30. In der 20 zweiten Carbonatation entsteht der sogenannte zweite Schlammsaft, welcher ebenfalls über Eindickfilter filtriert und dabei eingedickt wird. Die über die Eindickfilter in der ersten und zweiten Carbonatation aufkonzentrierten Calciumcarbonat-Schlämme 25 (Schlammsaftkonzentrate) werden üblicherweise vereinigt und über Membranfilterpressen abgepresst. Dabei entsteht der sogenannte Carbokalk. Dieser Carbokalk ist ein lagerfähiges Produkt mit einem Trockensubstanzgehalt von mehr als 70 % und wird 30 als Düngemittel verwendet. Üblicherweise wird ein Teil des Schlammsaftkonzentrates zur Vorkalkung zurückgeführt.

-5-

Der in der Extraktreinigung gereinigte Zuckerrüben-Rohsaft, der auch als Dünnsaft bezeichnet wird und etwa 15 bis 17 % Zucker enthält, wird dann zu einem Dicksaft mit etwa 65 bis 70 % Zucker eingedickt und dann in Kristallisatoren solange eingedampft, bis sich eine zähe Masse, die sogenannte Kochmasse, mit etwa 85 % Zucker bildet. Durch Zentrifugieren dieser Masse wird dann schließlich Weißzucker erhalten.

5

Ein erheblicher Nachteil der herkömmlichen Kalk-10 Kohlensäure-Extraktreinigung besteht insbesondere darin, dass nur ein relativ geringer Reinigungseffekt erreicht wird, da nur maximal 40 % aller Nicht-Saccharosestoffe aus dem Zuckerrüben-Rohsaft entfernt werden. Ein weiterer Nachteil besteht dar-15 in, dass das Verfahren sehr große Mengen von Kalk erfordert, wobei die verbrauchte Menge von Kalk etwa 2,5 % des Gesamtgewichtes der verarbeiteten Zuckerrüben ausmachen kann. Die Herstellung des im Kalk-Kohlensäure-Extraktreinigungsverfahren verwen-20 deten Kalkes und die Beseitigung des bei der Branntkalk-Herstellung entstehenden Abfalls sind jedoch relativ teuer. Auch sind die CO2-Emissionen aus Kalkofen und Saftreinigungsanlage sehr hoch. Darüber hinaus lässt sich der bei dem Kalk-25 Kohlendioxid-Extraktreinigungsverfahren anfallende Carbokalk, der aus Kalk und abgetrennten Saft-Verunreinigungen besteht, lediglich als Düngemittel einsetzen.

30 Der vorliegenden Erfindung liegt daher das technische Problem zugrunde, ein verbessertes Verfahren zur Extraktreinigung von Zuckerrüben-Rohsaft be-

-6-

reitzustellen, wobei insbesondere der Kalkverbrauch für die Extraktreinigung reduziert wird.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrunde liegende technische Problem insbesondere durch Bereitstellung eines Verfahrens zur Extraktreinigung von Zuckerrüben-Rohsaft, umfassend die folgenden sequentiell durchzuführenden Verfahrensschritte:

a) Vorkalkung des Zuckerrüben-Rohsaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis eine Konzentration von etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Zuckerrüben-Rohsaft erreicht ist zur Fällung und/oder Koagulation von Nicht-Saccharosestoffen in Form eines Koagulats,

10

15

20

25

- b) Zugabe mindestens eines Copolymers aus Acrylamid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa 5 Mio. bis etwa 22 Mio. als polyanionisches Flockungsmittel bis zu einer Konzentration von 1 bis 8 ppm,
- c) Abtrennung des Koagulats vom Vorkalkungssaft unter Verwendung mindestens einer ersten Abtrennvorrichtung unter Erhalt eines klaren Vorkalkungssaftes,
 - d) Hauptkalkung des nach Abtrennung des Koagulats erhaltenen klaren Vorkalkungssaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis eine Konzentration von etwa 0,6 g CaO/100 ml im Vorkalkungssaft erreicht ist, und
 - e) Durchführung einer ersten Carbonatation durch Einleitung von Kohlendioxid in den Hauptkal-

kungssaft und gegebenenfalls anschließende Durchführung einer zweiten Carbonatation.

Die Schritte a) und b) können in einer besonderen Ausführungsform der Erfindung auch simultan durchgeführt werden.

5

10

15

Das erfindungsgemäße Verfahren sieht also vor, dass die Vorkalkung an sich in im wesentlichen identischer Weise zu den bisher üblichen Vorkalkungs-Verfahren durchgeführt wird. Im Gegensatz zu den üblichen Verfahren werden die während der Vorkalgefällten oder kung koagulierten Nicht-Saccharosestoffe jedoch bereits nach der Vorkalkung abgetrennt und nicht, wie üblicherweise, erst nach der ersten und zweiten Carbonatation. Erfindungsgemäß werden außer Kalkmilch und dem genannten polyanionischen Flockungsmittel, das kein Koagulationsmittel, sondern ein Flocculationsmittel ist, keine weiteren Flockungs- oder Koagulationsmittel verwendet.

Da der Zuckerrüben-Rohsaft bereits nach der Vorkalkung durch die Abtrennung der ausgefällten und ausgeflockten Nicht-Saccharosestoffe deutlich reiner
ist, ergeben sich zahlreiche Vorteile für die Weiterverarbeitung des Zuckerrüben-Rohsaftes. Insbesondere muss dem erfindungsgemäß geklärten Vorkalkungssaft bei der Hauptkalkung erheblich weniger
Kalkmilch als bei herkömmlichen Kalk-KohlensäureExtraktreinigungsverfahren zugegeben werden. Während bei herkömmlichen Verfahren die Alkalität des
Saftes in der Hauptkalkung auf etwa 0,8 bis 1,1 g
CaO/100 ml Saft erhöht werden muss, erfordert das

-8-

erfindungsgemäße Verfahren lediglich eine Erhöhung der Alkalität auf etwa 0,6 g CaO/100 ml Saft. Darüber hinaus kann im Gegensatz zu herkömmlichen Verfahren die anmeldungsgemäße Vorkalkung ohne die übliche Rückführung von Schlammsaftkonzentrat aus der Carbonatationsstufe in die Vorkalkung durchgeführt werden. Auch ist es im Gegensatz zu herkömmlichen Verfahren nicht mehr erforderlich, dass der Zuckerrüben-Rohsaft nach der ersten Carbonatationsstufe nachgekalkt werden muss. Das erfindungsgemäße Extrakt-Reinigungsverfahren zeichnet sich also vorteilhafter Weise durch einen deutlich reduzierten Kalkverbrauch aus. Das erfindungsgemäße Verfahren führt somit zu einer deutlichen Kostenreduzierung der Zuckerrüben-Rohsaftreinigung, nicht zuletzt auch deshalb, weil die erforderlichen Anlagen für die Gewinnung von Branntkalk erheblich verkleinert werden können.

5

10

15

20

25

30

Die erfindungsgemäße Verfahrensweise wird besonders durch die Verwendung von ausgewählten Flockungsmitteln ermöglicht, die unter den gegebenen Verfahrensbedingungen ohne Zusatz von weiteren Hilfsstoffen, wie Koagulationsmitteln, eine besonders effiziente Extraktreinigung von Zuckerrübenrohrsaft ermöglichen. Überraschenderweise stellte sich erfindungsgemäß nämlich heraus, dass bei Einsatz von ganz bestimmten polyanionischen Flockungsmitteln, nämlich anionischen Coplymeren aus Acrylamid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa 5 Mio. bis etwa 22 Mio., insbesondere AN 945, 2440 und 2540, in einer Menge von 1 bis 8 ppm die vorgenannte effiziente Reinigung gewährleistet ist. ppm wird in der vorliegenden Lehre, wenn nicht anders ange-

-9-

geben, als ppm Gew./Gew. (w/w) (gewichtsbezogen) verstanden.

Aufgrund der wesentlich geringeren Verunreinigung mit abgeschiedenem Calciumcarbonat verbessert sich die Filtrierbarkeit der unter Verwendung des anmel-5 dungsgemäßen Verfahrens erhaltenen Schlammsäfte, insbesondere des ersten Schlammsaftes in erheblichem Maße. Versuche der Anmelderin im Technikum-Maßstab haben gezeigt, dass der Filtrationskoeffizient der erfindungsgemäß erhaltenen Schlammsäfte 10 deutlich unter 0,5 s/cm² liegt, während die Filtrationskoeffizienten der unter Verwendung herkömmli-Extrakt-Reinigungsverfahren erhaltenen cher Schlammsäfte bei 1 bis 3 s/cm² liegen. Die erfin-15 dungsgemäß verbesserten Filtrationseigenschaften der Schlammsäfte und die erfindungsgemäße Reduzierung der Menge an gebildetem Calciumcarbonat führt also auch dazu, dass die in den Carbonatationsstufen benötigten Kapazitäten an Eindickfiltern und Membranfilterpressen erfindungsgemäß ebenfalls er-20 heblich verringert werden können.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Reinigung von Zuckerrüben-Rohsaft ist darüber hinaus in vorteilhafter Weise auch zur Verarbeitung von Rübenmaterial mit schlechter Qualität, insbesondere alterierter Rüben geeignet. Ein weiterer erheblicher Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht ferner darin, dass durch die Abtrennung der in der Vorkalkung ausgefällten und ausgeflockten Nichtsaccharosestoffe ein neues Produkt bei der Zuckergewinnung entsteht, das sich durch einen hohen Anteil an Phosphat auszeichnet und das deshalb insbe-

25

30

-10-

sondere als Futtermittelbestandteil, aber auch als Düngemittel eingesetzt werden kann. Erfindungsgemäß verbessert sich auch die Qualität des bei der Abpressung des Schlammsaftkonzentrates anfallenden Carbokalks, insbesondere im Hinblick auf dessen 5 Verwendung als Düngemittel. Der erfindungsgemäß erhaltene Carbokalk zeichnet sich gegenüber dem Carbokalk, der unter Verwendung herkömmlicher Kalk-Kohlensäure-Extraktreinigungsverfahren erhalten wird, durch einen wesentlich höheren Gehalt an Cal-10 ciumcarbonat und einen erheblich verringerten Gehalt an Kolloiden aus. Der unter Verwendung des erfindungsgemäß erhaltenen Verfahrens erhaltene Carbokalk ist insbesondere arm an Phosphat. In einigen europäischen Regionen bestehen Probleme mit der Ü-15 berdüngung der Ackerböden insbesondere mit Phosphat. Der erfindungsgemäß erhaltene Carbokalk kann daher insbesondere in solchen Böden als Bodenverbesserer eingesetzt werden.

Nicht zuletzt führt das erfindungsgemäße Verfahren auch zu einer deutlichen Reduzierung von CO₂-Emissionen aus Kalkofen und Extraktreinigungsanlage. Angesichts einer sich immer mehr verschärfenden Umwelt-Gesetzgebung mit Einführung einer Kohlendi-oxid-Steuer ist dies äußerst vorteilhaft.

Unter einer "Vorkalkung" wird die Zugabe von Kalkmilch zu Zuckerrüben-Rohsaft oder Zuckerrübenextrakt bis etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Zuckerrüben-Rohsaft verstanden. Bei der Vorkalkung wird der Zuckerrüben-Rohsaft unter schonenden Bedingungen alkalisiert, wobei der pH-Wert des Zuckerrüben-Rohsaftes von etwa 6 auf etwa 11,5 angehoben wird.

30

WO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -11-

Die Vorkalkung dient zur Ausflockung von Nicht-Saccharosestoffen wie Pektin und Proteinen und zur Ausfällung schwerlöslicher Calciumsalze.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter "Zuckerrüben-Rohsaft" oder "Zuckerrüben-extrakt" der Saft verstanden, der aus Schnitzeln durch Gegenstromextraktion bei etwa 65 bis 75°C im sogenannten Diffusionsverfahren extrahiert wird. Dieser zuckerreiche Zuckerrüben-Rohsaft enthält neben Zucker noch verschiedene organische und anorganische Bestandteile der Rübe, die als Nicht-Saccharosestoffe oder Nicht-Zuckerstoffe bezeichnet werden.

10

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung werden unter den im Zuckerrüben-Rohsaft enthaltenen 15 "Nicht-Saccharosestoffen" oder "Nicht-Zuckerstoffen" hochmolekulare Substanzen wie Eiweißstoffe, Polysaccharide und Zellwandbestandteile sowie niedrigmolekulare organische Verbindungen wie anorganische oder organische Säuren, Aminosäuren und 20 mineralische Stoffe verstanden. Bei den Zellwandbestandteilen handelt es sich insbesondere um Pektine, Lignin, Cellulose und Hemicellulose. Diese Stoffe liegen ebenso wie die Eiweiße, zu denen neben Proteinen insbesondere Nucleoproteide gehören, 25 als hydrophile Makromoleküle in kolloidal-disperser Form vor. Bei den organischen Säuren handelt es sich beispielsweise um Lactate, Citrate und Oxalate. Bei den anorganischen Säuren handelt es sich 30 insbesondere um Sulfate und Phosphate.

WO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -12 -

Unter "Kalkmilch" wird erfindungsgemäß insbesondere Calciumhydroxid verstanden, das bei der stark exothermen Reaktion von gebranntem Kalk (Calciumoxid) mit Wasser gebildet und bei der Vorkalkung und Hauptkalkung als Kalkungsmittel eingesetzt wird. Die Zugabe von Kalkmilch zum Zuckerrüben-Rohsaft in der Vorkalkung bewirkt die Fällung oder Koagulation von Nicht-Saccharosestoffen in Form eines Koagulates.

5

Erfindungsgemäß werden unter einem "Koagulat" die 10 aufgrund eines Flockungsprozesses gebildeten Zusammenballungen der im Zuckerrüben-Rohsaft vorhandenen Nicht-Saccharosestoffe verstanden, die auch als eiweißhaltige Fraktion aus der Vorkalkung bezeichnet 15 werden. Das Koagulat umfasst insbesondere die unlöslichen oder schwer löslichen Salze, die sich durch Reaktion der Anionen von organischen oder anorganischen Säuren mit Calcium bilden, und die ausgefällten hochmolekularen Zuckerrüben-Rohsaft-Bestandteile, insbesondere mit hydrophilem Charak-20 ter, wie Eiweißstoffe, Polysaccharide und Zellwandbestandteile, die normalerweise im Zuckerrüben-Rohsaft kolloidal-dispers verteilt sind. Der Flockungsprozess wird in eine Flocculation, bei der die Aggregation durch Adsorption brückenbildender 25 Polymere erfolgt, und eine Koagulation, bei der die Aggregation durch Abbau beziehungsweise Reduzierung von Abstoßungskräften erfolgt, unterteilt. Die Flockungsgeschwindigkeit ist von der Temperatur, dem pH-Wert und der Art der Zugabe der Kalkmilch abhän-30 gig. Die Zufuhr mechanischer Energie, beispielsweise beim Rühren und Schütteln, thermischer Energie, beispielsweise durch Temperaturerhöhung, elektriWO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -13 -

scher Energie etc. kann die Flockung oder Koagulation beschleunigen. Die Ausfällung einzelner Saft-Inhaltsstoffe, beispielsweise Anionen wie Oxalat, Phosphat, Citrat und Sulfat sowie Kolloide wie Pektin und Eiweiß, erfolgt in bestimmten pH-Bereichen, wobei innerhalb dieser pH-Bereiche eine Verdichtung des Niederschlages stattfindet. Der pH-Wert, bei dem eine Maximalmenge an Kolloiden ausgeflockt wird und die Fällung unlöslicher Kalksalze nahezu vollständig ist, wird als optimaler Flockungspunkt der Vorkalkung bezeichnet. Erfolgt die Ausfällung am optimalen Flockungspunkt, kommt es zu einer einheitlichen stabilen Ausflockung kolloidal-disperser hochmolekularer Saft-Bestandteile.

5

10

Die Fällung und Koagulation von Pektinen und Prote-15 inen erfordert eine bestimmte temperaturabhängige Verweilzeit. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass die Vorkalkung sowohl als kalte als auch als warme Vorkalkung durchgeführt werden kann. Vorzugsweise wird die kalte Vorkalkung bei einer Vorkalkungstem-20 peratur von etwa 38 bis 40°C durchgeführt. Ein Vorteil der kalten Vorkalkung besteht in einem farbverbessernden Effekt beim Dünnsaft, einem niedrigeren Gehalt an Nicht-Saccharosestoffen, einem effektiveren Invertzucker-Abbau und einem insgesamt hö-25 heren Extrakt-Reinigungseffekt. Erfindungsgemäß besteht jedoch auch die Möglichkeit, die Zugabe der Kalkmilch zum Zuckerrüben-Rohsaft als warme Vorkalkung bei einer Temperatur des Zuckerrüben-Rohsaftes von 55°C bis 75°C durchzuführen. Eine warme Vorkal-30 kung hat gegenüber der kalten Vorkalkung insbesondere den Vorteil, dass der behandelte Zuckerrüben-

-14-

Rohsaft weniger mikrobielle Kontaminationen aufweist.

Die Zugabe von Kalkmilch zur Vorkalkung des Zuckerrüben-Rohsaftes erfolgt erfindungsgemäß bevorzugt
als progressive Vorkalkung. Die progressive Vorkalkung durch eine allmähliche Steigerung der Alkalität beziehungsweise des pH-Wertes des ZuckerrübenRohsaftes erfolgt vorzugsweise durch langsamen Zulauf des Kalkmilch-Kalkungsmittel oder durch kleine
unterbrochene Kalkmilch-Einzelzugaben, wobei insbesondere das pH-Optimum langsam durchlaufen wird.
Die Vorteile der progressiven Vorkalkung sind unter
anderem eine Verbesserung der Filtrationseigenschaften des behandelten Saftes, eine hellere Dicksaftfarbe und eine Vermeidung der Überalkalisierung. Darüber hinaus ermöglicht die progressive
Vorkalkung eine kontinuierliche Arbeitsweise.

10

15

20

25

30

Erfindungsgemäß ist ebenfalls vorgesehen, dass die progressive Alkalisierung des Zuckerrüben-Rohsaftes während der Vorkalkung im Gegenstrom durch einen bereits alkalisierten Zuckerrüben-Rohsaft, beispielsweise mittels des Schlammsaftkonzentrats aus den Carbonatationsstufen, erfolgen kann. Die progressive Alkalisierung im Gegenstrom bedeutet, dass zurückgeführte Saft höherer Alkalität der SO schnell wie möglich mit einem Saft niedrigerer Alkalität vermischt wird, ohne dass sich innerhalb der Mischzone unterschiedliche Alkalitätsgradienten aufbauen können. Unter Verwendung geeigneter Transportsysteme im Vorkalkungsapparat wird innerhalb des Systems dafür gesorgt, dass die erforderliche

-15-

Rückführmenge mit hoher Konstanz entgegen der

Hauptströmungsrichtung geführt wird.

Gemäß der Erfindung ist vorgesehen, nach der Vorkalkung und vor dem Abtrennen des gebildeten Koagulates dem Vorkalkungssaft mindestens ein Copolymer aus Acrylamid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa 5 Mio. bis etwa 22 Mio. als polyanionisches Flockungsmittel bis zu einer Konzentration von 1 bis 8 ppm zuzusetzen. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem "Flockungs-10 mittel" ein Stoff verstanden, der das Zeta-Potential von Teilchen in kolloidalen Suspensionen so beeinflusst, dass sie zu Flocken aggregieren und beispielsweise nach Sedimentation aus dem System entfernt werden können. Flockungsmittel müssen da-15 her die elektrostatische Abstoßung der im Wasser meist negativ aufgeladenen Partikel überwinden. Erfindungsgemäß kann es sich bei den Flockungsmitteln auch um Flockungshilfsmittel oder Sedimentationsbeschleuniger handeln. Unter "Flockungshilfsmitteln" 20 oder "Sedimentationsbeschleunigern" werden im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung Verbindungen verstanden, die die Zusammenballung von Feststoffpartikeln zu größeren Einheiten oder Flocken bewirken. Durch die Zusammenballung als Flo-25 cken können sich die Feststoffe aufgrund ihrer größeren Masse bedeutend schneller absetzen. Gleichzeitig werden die Poren zwischen den einzelnen Teilchen vergrößert, so dass sich das Wasser, dass sich im abgesetzten Schlamm befindet, leicht durch 30 Filtration oder Zentrifugation entfernen lässt. Die erfindungsgemäß eingesetzten polyanionischen Flockungsmittel haben keinerlei koagulierende Wirkung,

WO 2005/042787 PCT/EP20

PCT/EP2004/012046

da sie nicht die Dispersion der Teilchen in der flüssigen Phase beeinflussen, sondern die Aggregation der Teilchen durch Absorption brückenbildender Polymere bewirken.

5 Bei den erfindungsgemäß als polyanionische Flockungsmittel eingesetzten Copolymeren aus Acrylamid und Natriumacrylat handelt es sich um synthetische organische wasserlösliche Polyelektrolyte mit einem relativ großen Molekulargewicht von etwa 5 Mio. bis etwa 22 Mio. Diese Verbindungen sind mittel- bis starkionisch. Besonders bevorzugt werden als Flockungsmittel die Produkte 2440 und 2540 (Fa. Stockhausen) sowie AN 945 (Fa. Clarflok) eingesetzt.

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, nach einer ausreichenden Verweilzeit das während der Vorkalkung und 15 gegebenenfalls unter Verwendung eines Flockungsmittels gebildete Koagulat vom Vorkalkungssaft unter Verwendung einer Trenn- oder Abtrennvorrichtung abzutrennen. Unter einer "Abtrennvorrichtung" oder "Trennvorrichtung" wird erfindungsgemäß insbesonde-20 re eine Vorrichtung zur Fest/Flüssig-Trennung verstanden. Der Fest/Flüssig-Trennung liegen mechanische Verfahren zugrunde, die auf der Ausnutzung von Schwerkraft, Zentrifugalkraft, Druck oder Vakuum 25 beruhen. Zu den Fest/Flüssig-Trennverfahren, auf denen die Wirkungsweise einer erfindungsgemäß verwendeten Abtrennvorrichtung beruhen, gehören beispielsweise Dekantieren, Filtration, Sedimentation, Klären und Zentrifugation.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird als erste Abtrennvorrichtung ein Dekanteur o-

-17-

der Dekanter, insbesondere ein statischer oder dynamischer Dekanter verwendet. Unter einem "Dekanter" oder "Dekanteur", insbesondere statischen oder dynamischen Dekanter, wird eine Vorrichtung oder ein Apparat verstanden, der zur mechanischen Entfernung von sedimentierten Stoffen aus einer Flüssigkeit nach dem Sedimentationsprinzip mit Hilfe der Schwerkraft dient. Erfindungsgemäß ist insbesondere vorgesehen, dass unter Verwendung des Dekanteurs die nach der Vorkalkung ausgefällten oder ausgeflockten Nicht-Saccharose-stoffe vom Vorkalkungssaft so getrennt werden, dass sich am Unterlauf des Dekanteurs ein Volumenteil Schlamm, bezogen auf neunzehn Volumenteile Vorkalkungssaft, absetzt. Bei Rückführung von Schlammsaftkonzentrat aus den Carbonatationsstufen in die Vorkalkung ist erfindungsgemäß vorgesehen, dass unter Verwendung des Dekanteurs die nach der Vorkalkung ausgefällten oder ausgeflockten Nicht-Saccharosestoffe vom Vorkalkungssaft so getrennt werden, dass sich am Unterlauf des Dekanteurs ein Volumenteil Schlamm, bezogen auf neunzehn Volumenteile Vorkalkungssaft, absetzt.

5

10

15

20

Erfindungsgemäß ist insbesondere in einer bevorzugten Ausführung vorgesehen, dass bei Verwendung eines Dekanters als erster Abtrennvorrichtung dem
Vorkalkungssaft 1 bis 3 ppm Flockungsmittel zugesetzt werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der 30 Erfindung wird als erste Abtrennvorrichtung eine Zentrifuge verwendet. Unter einer Zentrifuge wird eine Vorrichtung zum Trennen von Stoffgemischen

WO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -18 -

durch Ausnutzung der Fliehkraft verstanden. Das im der rotierenden Zentrifuge befindliche Inneren Trenngut wird der sogenannten Zentrifugalkraft ausgesetzt. Vorzugsweise handelt es sich bei der als ersten Abtrennvorrichtung verwendeten Zentrifuge um eine Tellerzentrifuge oder um eine Dekanterzentrifuge. Unter einer "Tellerzentrifuge" oder einem "Tellerseparator" wird erfindungsgemäß eine Zentrifuge mit rotierenden konischen Schleuderblechen verstanden, an denen die schwereren Komponenten nach außen geleitet werden, während sich die leichteren Komponenten in Achsennähe sammeln, von wo sie nach außen abgeleitet werden. Unter einer "Dekantierzentrifuge" wird erfindungsgemäß eine meist konische und häufig kontinuierlich arbeitende Schneckenaustrag-Zentrifuge verstanden.

5

10

15

20

25

Erfindungsgemäß ist insbesondere vorgesehen, dass dem Vorkalkungssaft 1 bis 8 ppm Flockungsmittel zugesetzt werden, z. B. bei Verwendung einer Tellerzentrifuge oder Dekanterzentrifuge als erster Abtrennvorrichtung.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, dass das unter Verwendung der ersten Abtrennvorrichtung vom klaren Vorkal-kungssaft abgetrennte Koagulat unter Verwendung einer zweiten Abtrennvorrichtung weiter aufkonzentriert und eingedickt wird, wobei eine zweite Abtrennvorrichtung eingesetzt wird.

Erfindungsgemäß bevorzugt erfolgt die weitere Ein-30 dickung und Aufkonzentrierung des Koagulates unter Verwendung einer oder mehrerer Membranfilterpres-

-19-

se(n)(vertikaler Kuchenaustrag) oder einem oder mehreren Pressfilterautomaten (horizontaler Kuchenaustrag) als zweiter Abtrennvorrichtung. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer "Membranfilterpresse" eine Filtervorrichtung verstanden, die entweder als Rahmenfilterpresse oder als Kammerfilterpresse ausgeführt ist. Eine als Rahmenfilterpresse ausgeführte Membranfilterpresse besteht aus einer Vielzahl rechtwinkliger, senkrecht stehender, kannelierter und parallel geschalteter Platten, die mit Membranen belegt sind oder als Membranfilter ausgeführt sind, und dazwischen liegenden Rahmen zur Aufnahme des Filterkuchens. Eine als Kammerfilterpresse ausgeführte Membranfilterpresse besteht aus einer Vielzahl von Membranfilterplatten, deren starker Rand gegenüber der eigentlichen Filterfläche hervorsteht, so dass sich zwischen zwei solchen Platten eine Kammer zur Aufnahme des Filterkuchens bildet. Bei der Eindickung und Aufkonzentrierung des Koagulates unter Verwendung einer Membranfilterpresse wird durch Abpressen eines weiteren klaren Vorkalkungssaftes erfindungsgemäß ein Filterkuchen erhalten, der einen Trockensubstanz-Gehalt von etwa 60 bis 70% aufweist.

5

10

15

20

25 Erfindungsgemäß kann das unter Verwendung der ersten Abtrennvorrichtung erhaltene Koagulat auch unter Verwendung von einer oder mehreren Dekanter-Zentrifugen, einem oder mehreren Vakuumdrehfiltern und/oder Tellerseparatoren als zweiter Abtrennvorrichtung weiter eingedickt und aufkonzentriert werden, wobei ein Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat mit einem hohen Trockensubstanzgehalt von etwa 40 bis

-20-

70 %, insbesondere 60 bis 70% und ein weiterer klarer Vorkalkungssaft erhalten werden.

Das unter Verwendung der zweiten Abtrennvorrichtung erhaltene Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat hungsweise der erhaltene Nicht-Saccharosestoff-Filterkuchen mit einem Trockensubstanzgehalt von etwa 40 bis 70 %, insbesondere 60 bis 70% ist besonders nährstoffreich mit einem insbesondere hohen Phosphat-Anteil. Dieses Produkt stellt ein neuartiges Produkt bei der Zuckergewinnung dar.

5

10

15

20

30

Die durch die Abtrennungsschritte unter Verwendung der ersten und zweiten Abtrennvorrichtung erhaltenen klaren Vorkalkungssäfte werden erfindungsgemäß vereinigt und dann einer Hauptkalkung unterworfen. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer "Hauptkalkung" die weitere Zugabe von Kalkmilch zum Vorkalkungssaft zur Erhöhung der Alkalität des Vorkalkungssaftes bei erhöhter Temperatur verstanden, wobei ein Hauptkalkungssaft erhalten wird. Die Aufgabe der Hauptkalkung besteht insbesondere im chemischen Abbau von Invertzucker und Säureamiden. Erfindungsgemäß ist insbesondere vorgesehen, dass die Hauptkalkung durch Zugabe von Kalkmilch bis etwa 0,6 g CaO/100 ml zum klaren Vorkalkungssaft, der nach Abtrennung des Koagulats er-25 halten wurde, durchgeführt wird. In der Hauptkalkung wird die Temperatur auf etwa 85°C angehoben.

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, den bei der Hauptkalkung erhaltenen Hauptkalkungssaft anschließend durch Zugabe von Kohlendioxid einer ersten Carbonatation zu unterwerfen, wobei ein erster Schlammsaft

WO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -21-

erhalten wird. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer "Carbonation" oder "Carbonatation" die Umsetzung des bei der Hauptkalkung nicht verbrauchten Kalkes mit Kohlendioxid unter Bildung von Calciumcarbonat verstanden. Durch die Zugabe von Kohlendioxid wird das im Hauptkalkungssaft gelöste Calciumhydroxid zu Calciumcarbonat umgesetzt, wobei der pH-Wert im Carbonatationsreaktor schrittweise auf etwa 10,6 bis 11,4 abgesenkt wird. In der ersten Carbonatation werden die noch im Hauptkalkungssaft enthaltenen Nicht-Saccharosestoffe und Farbstoffe adsorbtiv an das Calciumcarbonat gebunden.

5

10

15

20

25

Der im Carbonatationreaktor nach der ersten Carbonatation gebildete erste Schlammsaft wird erfindungsgemäß unter Verwendung von Kerzenfiltern filtriert, wobei ein erstes Schlammsaftkonzentrat und ein erster klarer Carbonatations-Saft erhalten werden. Unter einem "Kerzenfilter" wird erfindungsgemäß eine Filtervorrichtung in stehender Bauweise mit hängenden Filtereinsätzen verstanden. Der Kerzenfilter kann als Filtereinsätze sowohl keramische und Kunststoff-Filtereinsätze als auch Elemente mit gewebe aus Kunststoff oder Metall sowie Spaltrohre beziehungsweise Wickelkerzen enthalten.

Erfindungsgemäß ist auch vorgesehen, dass ein Teil des ersten Schlammsaftkonzentrates zur Vorkalkung des Zuckerrüben-Rohsaftes eingesetzt werden kann.

Erfindungsgemäß wird der bei der ersten Carbonata-30 tion erhaltene klare Carbonatations-Saft durch Zugabe von Kohlendioxid einer zweiten Carbonatation

-22-

unterworfen, wobei ein zweiter Schlammsaft erhalten wird. Durch die Einleitung von Kohlendioxid bei der zweiten Carbonatation wird der pH-Wert des behandelten Zuckerrüben-Rohsaftes auf etwa 9,2 abgesenkt. Der dabei erhaltene zweite Schlammsaft wird ebenfalls über ein Eindickfilter, beispielsweise einen Kerzenfilter, filtriert.

10

15

20

25

30

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass das erste und/oder das zweite Schlammsaftkonzentrat mit einem Teil des erhaltenen Koagulates von der ersten beziehungsweise von der zweiten Abtrennvorrichtung vereinigt und mittels einer oder mehrerer Membranfilterpressen weiter aufkonzentriert wird oder dass das erste und/oder das zweite Schlammsaftkonzentrat mittels einer/oder mehrerer Membranfilterpressen weiter aufkonzentriert wird. Erfindungsgemäß ist die Filtrierbarkeit des ersten und zweiten Schlammsaftes aufgrund der geringeren Belastung des behandelten Zuckerrüben-Rohsaftes mit Verunreinigungen gegenüber den bei herkömmlichen Kalk-Kohlendioxid-Extraktionsverfahren erhaltenen Schlammsäften deutlich verbessert. Während der nach der ersten Carbonatation bei herkömmlichen Verfahren erhaltene erste Schlammsaft einen Filtrationskoeffizienten FK von etwa 1 bis 3 sec/cm² aufweist, weist der unter Verwendung des erfindungsgemäßen Extraktionsverfahrens erhaltene erste Carbonatations-Schlammsaft einen Filtrationskoeffizienten von weniger als 0,5 sec/cm² auf. Auch der im erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene zweite Schlammsatz weist gegenüber den unter Verwendung herkömmlicher Verfahren erhaltenen zweiten Schlammsäften deutlich verbesserte Filtrationseigenschaften auf. Dies führt zu einer

-23-

Erhöhung der Pressenkapazität durch Erhöhung der Filtrationsgeschwindigkeit und eine erhöhte Standzeit der Filtertücher. Der erfindungsgemäß mittels der Membranfilterpresse aus den ersten und zweiten Schlammsaftkonzentraten erhaltene Carbokalk weist darüber hinaus mehrere Vorteile gegenüber dem Carbokalk auf, der unter Verwendung herkömmlicher Verfahren erhalten wird. So besteht der erfindungsgemäß erhaltene Carbokalk aus fast reinem Calciumcarbonat und enthält wesentlich weniger Nichtsaccharosestoffe, insbesondere sehr wenig Phosphate. Der erfindungsgemäß erhaltene Carbokalk lässt sich daher insbesondere als Düngemittel für Ackerböden einsetzen, die überdüngt sind.

5

10

25

30

Das der vorliegenden Erfindung zugrunde liegende technische Problem wird ebenfalls durch ein Verfahren zur Reduzierung des Kalkverbrauches bei der Reinigung von Zuckerrüben-Rohsaft gelöst, wobei das Verfahren die folgenden Schritte in sequenzieller Reihenfolge umfasst:

- a) Vorkalkung des Zuckerrüben-Rohsaftes durch Zugabe von Kalkmilch zum Zuckerrüben-Rohsaft bis eine Konzentration von etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Zuckerrüben-Rohsaft erreicht ist zur Fällung und/oder Koagulation von Nicht-Saccharosestoffen in Form eines Koagulats,
- b) Zugabe mindestens eines Copolymers aus Acrylamid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa 5 Mio. bis etwa 22 Mio. als polyanionisches Flockungsmittel bis zu einer Konzentration von 1 bis 8 ppm,

-24-

- c) Abtrennung des Koagulats vom Vorkalkungssaft unter Verwendung mindestens einer ersten Abtrennvorrichtung unter Erhalt eines klaren Vorkalkungssaftes,
- d) Hauptkalkung des nach Abtrennung des Koagulats erhaltenen klaren Vorkalkungssaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis eine Konzentration von etwa 0,6 g CaO/100 ml im klaren Vorkalkungssaft erreicht ist, und
- e) Durchführung einer ersten Carbonatation durch Einleitung von Kohlendioxid in den Hauptkal-kungssaft und anschließende Durchführung einer zweiten Carbonatation ohne dazwischengeschaltete Nachkalkung.
- Die Schritte a) und b) können in einer besonderen Ausführungsform der Erfindung auch simultan durchgeführt werden.

Es werden erfindungsgemäß 1 bis 8 ppm Flockungsmittel zugegeben, z.B. bei Verwendung einer Tellerzentrifuge oder einer Dekanterzentrifuge als erste Abtrennvorrichtung. Bei Verwendung eines statischen oder dynamischen Dekanters als erste Abtrennvorrichtung werden erfindungsgemäß bevorzugt 1 bis 3 ppm Flockungsmittel zugegeben. Erfindungsgemäß besonders bevorzugte Flockungsmittel sind die Produkte AN 945, 2440 und 2540.

20

25

30

Das unter Verwendung der ersten Abtrennvorrichtung erhaltene Koagulat wird erfindungsgemäß unter Verwendung einer zweiten Abtrennvorrichtung aufkonzentriert, wobei ein weiterer klarer Vorkalkungs-

-25-

saft abgetrennt wird. Die zweite Abtrennvorrichtung umfasst erfindungsgemäß ein oder mehrere Dekanter-Zentrifuge(n) und/oder Tellerseparator(en) oder Membranfilterpresse(n).

- 5 Die unter Verwendung der ersten und zweiten Abtrennvorrichtung erhaltenen klaren Vorkalkungssäfte werden erfindungsgemäß dann vereinigt und einer Hauptkalkung unterworfen. Der bei der Hauptkalkung erhaltene Hauptkalkungssaft wird danach erfindungs-10 gemäß durch Zugabe von Kohlendioxid einer ersten Carbonatation unter Erhalt eines ersten Schlammsaftes unterworfen. Der erste Schlammsaft wird anschließend mittels eines Kerzenfilters filtriert, wobei ein erstes Schlammsaftkonzentrat und ein klarer Carbonatations-Saft erhalten werden. Der erste 15 Carbonatations-Saft wird klare erfindungsgemäß durch Einleitung von Kohlendioxid einer zweiten unterworfen, wobei Carbonatation zweiter ein Schlammsaft erhalten wird.
- Das der vorliegenden Erfindung zugrunde liegende technische Problem wird ebenfalls durch ein Verfahren zur Herstellung eines nährstoffreichen, Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates aus Zuckerrüben-Rohsaft gelöst, wobei das Verfahren folgende sequenziell durchzuführende Verfahrensschritte umfasst:
 - a) Vorkalkung des Zuckerrüben-Rohsaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis eine Konzentration von etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Zuckerrüben-Rohsaft erreicht ist zur Fällung und/oder Koagulation der im Zuckerrüben-Rohsaft ent-

30

-26-

haltenen Nicht-Saccharosestoffe in Form eines Koagulats,

b) Zugabe mindestens eines Copolymers aus Acrylamid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa 5 Mio. bis etwa 22 Mio. als polyanionisches Flockungsmittel bis zu einer Konzentration von 1 bis 8 ppm, und

5 .

10

c) Abtrennung des Koagulats vom Vorkalkungssaft unter Verwendung mindestens einer ersten Abtrennvorrichtung.

Die Schritte a) und b) können in einer besonderen Ausführungsform auch simultan durchgeführt werden.

Bei den im Zuckerrüben-Rohsaft enthaltenen Nicht-Saccharosestoffen handelt es sich insbesondere um hochmolekulare Eiweißstoffe, 15 Polysaccharide und Zellwandbestandteile sowie niedrigmolekulare organische oder anorganische Säuren, Aminosäuren und mineralische Stoffe. Bei den Zellwandbestandteilen handelt es sich vorrangig um Pektinstoffe, Lignin, Cellulose und Hemicellulose. Bei den im Zuckerrü-20 ben-Rohsaft enthaltenen Eiweißstoffen handelt es sich beispielsweise um Proteine und Nucleoproteide. Erfindungsgemäß ist bevorzugt vorgesehen, dass bei Verwendung eines statischen oder dynamischen Dekanters als erste Abtrennvorrichtung das Flockungsmit-25 tel zu einem Gehalt von 1 bis 3 ppm zugesetzt wird. Erfindungsgemäß ist ferner bevorzugt vorgesehen, dass bei Verwendung einer Zentrifuge, insbesondere einer Tellerzentrifuge oder Dekanterzentrifuge als erste Abtrennvorrichtung das Flockungsmittel zu ei-30

-27-

nem Gehalt von 1 bis 8 ppm zugesetzt wird. Erfindungsgemäß besonders bevorzugte Flockungsmittel sind AN 945, 2440 und 2540.

Das unter Verwendung der ersten Abtrennvorrichtung abgetrennte Koagulat wird erfindungsgemäß mittels einer zweiten Abtrennvorrichtung weiter aufkonzentriert und eingedickt, wobei als zweite Abtrennvorrichtung eine oder mehrere Membranfilterpresse(n) oder eine oder mehrere Dekanterzentrifuge(n) und/oder Tellerseparator(en) oder ein oder mehrere Vakuumdrehfilter verwendet werden.

5

10

15

20

25

30

Das erhaltene aufkonzentrierte Koagulat, das beispielsweise in Form eines Filterkuchens vorliegt, weist vorzugsweise einen Trockensubstanz-Gehalt von 60 bis 70 % auf. Das erfindungsgemäß erhaltene Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat zeichnet sich insbesondere durch seinen hohen Phosphat-Gehalt aus. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass das aufkonzentrierte Koagulat weiter zerkleinert und getrocknet werden kann.

Die vorliegende Erfindung betrifft daher auch ein Nicht-Saccharose-Konzentrat, umfassend ein entwässertes Koagulat von Nicht-Saccharosestoffen aus Zuckerrüben-Rohsaft, erhältlich unter Verwendung eines erfindungsgemäßen Verfahrens, insbesondere erhältlich durch Vorkalkung des Zuckerrüben-Rohsaftes unter Zugabe von Kalkmilch und einem Flockungsmittel zur Fällung oder Koagulation von Nicht-Saccharosestoffen und Abtrennung der getrennten oder koagulierten Nicht-Saccharosestoffe vom Zuckerrüben-Rohsaft. Das Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat

-28-

zeichnet sich dadurch aus, dass es sich bei den Nicht-Saccharosestoffen insbesondere um hochmolekulare Eiweißstoffe, Polysaccharide und Zellwandbestandteile sowie niedrigmolekulare organische oder anorganische Säuren, Aminosäuren und mineralische Stoffe des Zuckerrüben-Rohsaftes enthält. Erfindungsgemäß weist das Konzentrat einen hohen Phosphor-Anteil auf.

5

10

15

20

25

30

Die vorliegende Erfindung betrifft ebenfalls die Verwendung des Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates als Düngemittel oder Bodenverbesserer. Eine weitere bevorzugte Verwendung des Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates besteht in der Verwendung als Futtermittel. Zur Verwendung als Futtermittel wird das erfindungsgemäße Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat vorzugsweise zerkleinert, mit Melasse gemischt und getrocknet und dann als Futtermittel eingesetzt.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem auch durch eine Vorrichvon Zuckerrüben-Rohsaft Vorkalkung tung zur und/oder zur Gewinnung eines Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates, das aus einem konzentrierten Koagulat von Nicht-Saccharosestoffen aus Zuckerrüben-Rohsaft besteht, umfassend mindestens einen Behälter zur Kalkmilch-Behandlung des Zuckerrüben-Rohsaftes zur Koagulation der im Zuckerrüben-Rohsaft enthaltenen Nicht-Saccharosestoffe, der mindestens einen Einlauf für den Zuckerrüben-Rohsaft, mindestens einen Einlauf für Kalkmilch und einen Ablauf zum Austrag des vorgekalkten Zuckerrüben-Rohsaftes aufweist, und mindestens eine erste Abtrennvorrichtung zur Abtrennung des bei der Vorkalkung erhaltenen Koagu-

-29-

latschlammes vom Vorkalkungssaft, wobei die Abtrennvorrichtung einen mit dem Ablauf des Behälters verbundenen Einlauf für den Vorkalkungssaft, einen ersten Ablauf zum Austrag des vom Koagulatschlamm abgetrennten klaren Vorkalkungssaft und einen zweiten Ablauf zum Austrag des Koagulatschlamms aufweist. Vorzugsweise handelt es sich bei der ersten Abtrennvorrichtung um einen statischen oder dynamischen Dekanter oder eine oder mehrere Zentrifuge(n), insbesondere eine oder mehrere Tellerzentrifuge(n) oder/und Dekanterzentrifuge(n).

5

10

15

20

25

In bevorzugter Ausführungsform ist der zweite Ablauf der ersten Abtrennvorrichtung über eine Zuleitung mit einer zweiten Abtrennvorrichtung verbunden, um den in der ersten Abtrennvorrichtung erhaltenen Koagulatschlamm weiter aufzukonzentrieren und einzudicken.

Die zweite Abtrennvorrichtung weist erfindungsgemäß einen Einlauf für den aus der ersten Abtrennvorrichtung ausgetragenen Koagulatschlamm, einen ersten Ablauf zum Austrag des bei der Koagulatschlamm-Aufkonzentrierung erhaltenen klaren Vorkalkungssaft und einen zweiten Auslauf zum Austrag des aufkonzentrierten Koagulatschlammes auf. Bei der zweiten Abtrennvorrichtung handelt es sich erfindungsgemäß besonders bevorzugt um eine oder mehrere Membranfilterpresse(n) oder mindestens eine Zentrifuge, insbesondere einen Tellerseparator oder eine Dekanterzentrifuge oder einen Vakuumdrehfilter.

30 Bei dem zur Vorkalkung des Zuckerrüben-Rohsaftes verwendeten Behälter oder Reaktor kann es sich bei-

WO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -30-

spielsweise um einen stehenden Behälter handeln, der durch im Wesentlichen horizontal ausgerichtete Zwischenböden in übereinander liegende Kammern unterteilt ist, die über Durchlassöffnungen in Verbindung stehen und von Rührelementen beaufschlagt werden, mittels derer die Einstellung des pH-Wert-Verlaufes einfach durchgeführt werden kann. Dabei können als Rührelemente Axialpumpen eingesetzt werden. Die einzelnen Kammern des Reaktors können jedoch auch über externe Rohrleitungen verbunden sein, die den Saft vom Anfang einer Kammer zum Ende der nächsten Kammer leiten.

5

10

15

20

Der Vorkalkungs-Reaktor oder Vorkalkungs-Behälter kann jedoch auch als Rührkesselkaskade ausgeführt sein, deren Stufen jeweils mindestens eine Kammer oder mehrere der Reihe nach von Saft durchströmte Kammern aufweisen.

Vorzugsweise erlaubt der erfindungsgemäß eingesetzte Vorkalkungs-Reaktor oder Vorkalkungs-Behälter eine progressive Alkalisierung des Zuckerrüben-Rohsaftes im Gegenstrom zu bereits alkalisiertem Saft. Der erfindungsgemäß eingesetzte Vorkalkungs-Reaktor weist daher geeignet Transporteinrichtungen auf, die eine erforderliche Rückführmenge mit möglichst hoher Konstanz entgegen der Hauptströmungs-25 richtung führen.

Die Erfindung wird durch die Figuren 1 und 2 und das Beispiel näher erläutert.

Figur 1 zeigt in schematischer Form eine Ausfüh-30 rungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung

WO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -31-

Vorkalkung von Zuckerrüben-Rohsaft und/oder zur Gewinnung eines Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates, umfassend einen Behälter 3 zur Kalkmilch-Behandlung des Zuckerrüben-Rohsaftes und eine damit verbundene erste Abtrennvorrichtung 11 zur Abtrennung des bei der Vorkalkung im Behälter 3 erhaltenen Koagulats vom Vorkalkungssaft. Der Behälter 3 weist einen Einlauf 5 für den Zuckerrüben-Rohsaft und einen Einlauf 7 für die Kalkmilch auf. Der Behälter 3 weist ferner einen Ablauf 9 zum Austrag des Vorkalkungssaftes auf. Der Ablauf 9 des Vorkalkungsbehälters 3 ist über eine Leitung 19 mit dem Einlauf 13 der ersten Abtrennvorrichtung 11 verbunden, so dass der Vorkalkungssaft aus dem Vorkalkungsbehälter 3 in die erste Abtrennvorrichtung 11 gelangt. In der ersten Abtrennvorrichtung 11 wird das im Vorkalkungssaft gebildete Koagulat als Koagulatschlamm vom klaren Vorkalkungssaft abgetrennt, wobei der Koagulatschlamm über den Ablauf 17 der Abtrennvorrichtung 11 aus der Abtrennvorrichtung 11 heraustransportiert wird, während der geklärte Vorkalkungssaft über den Ablauf 15 der Abtrennvorrichtung 11 aus der Abtrennvorrichtung 11 heraustransportiert wird.

5

10

15

20

25 Figur 2 zeigt in schematischer Form eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Vorkalkung von Zuckerrüben-Rohsaft und/oder zur Gewinnung eines Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates. Die erfindungsgemäße Vorrichtung 1 umfasst einen 30 Behälter 3 zur Kalkmilch-Behandlung des Zuckerrüben-Rohsaftes und eine damit verbundene erste Abtrennvorrichtung 11 zur Abtrennung des bei der Vorkalkung im Behälter 3 erhaltenen Koagulates vom

-32-

5

10

15

20

25

30

Vorkalkungssaft. Der Behälter 3 weist neben dem Einlauf 5 für den Rohsaft und dem Einlauf 7 für die Kalkmilch noch einen Einlauf 6 zum Eintrag von Schlammsaftkonzentrat, das aus der nicht dargestellten ersten und zweiten Carbonatation erhalten wird, auf. Der Behälter 3 weist ebenfalls einen Ablauf 9 zum Austrag des erhaltenen Vorkalkungssaftes auf. Der Ablauf 9 des Vorkalkungsbehälters 3 ist über eine Leitung 19 mit dem Einlauf 13 der ersten Abtrennrichtung 11 verbunden, so dass der Vorkalkungssaft aus dem Vorkalkungsbehälter 3 in die erste Abtrennvorrichtung 11 gelangt. In der ersten Abtrennvorrichtung 11 wird das im Vorkalkungssaft gebildete Koagulat als Koagulatschlamm vom klaren Vorkalkungssaft abgetrennt. Der geklärte Vorkalkungssaft wird über den Ablauf 15 aus der ersten Abtrennvorrichtung 11 heraustransportiert. abgtrennte Koagulatschlamm wird über den Ablauf 17 aus der ersten Abtrennvorrichtung 11 heraustransportiert. Der Ablauf 17 ist über die Leitung 31 mit dem Einlauf 25 der zweiten Abtrennvorrichtung 23 verbunden, so dass der Koagulatschlamm aus der ersten Abtrennvorrichtung 11 über den Ablauf 17, die Leitung 31 und den Einlauf 25 in die zweite Abtrennrichtung 23 gelangt. In der zweiten Abtrennvorrichtung 23 wird der eingetragene Koagulatschlamm aufkonzentriert, wobei ein aufkonzentrierter Koagulatschlamm und ein weiterer klarer Vorkalkungssaft erhalten werden. Der aufkonzentrierte Koagulatschlamm wird über den Ablauf 27 aus der zweiten Abtrennvorrichtung 23 heraustransportiert. Der in der zweiten Abtrennvorrichtung 23 gebildete klare Vorkalkungssaft wird über den Ablauf 29 aus der zweiten Abtrennvorrichtung 23 heraus-

-33-

transportiert und über die damit verbundene Leitung 33 der Leitung 21, in der der klare Vorkalkungssaft aus der ersten Abtrennvorrichtung 11 transportiert wird, zugeführt. Auf diese Weise wird der klare Vorkalkungssaft aus der zweiten Abtrennvorrichtung 23 mit dem klaren Vorkalkungssaft aus der ersten Abtrennvorrichtung 11 gemischt. Das Gemisch der klaren Vorkalkungssäfte aus der ersten Abtrennvorrichtung 11 und der zweiten Abtrennvorrichtung 23 wird dann gemeinsam über die Leitung 35 und über nicht dargestellte Wärmetauscher zur Hauptkalkung geleitet.

10

Beispiel

Saftreinigung mit der Abtrennung von Vorkalkungskoagulat

Vorkalkung

30 kg Rohsaft werden in einen beheizbaren Behälter 5 mit einem Volumen von 50 l, der ein Rührwerk, ein CO₂-Einleitungsrohr und eine pH-Elektrode aufweist, gegeben und auf 55 °C erhitzt. Über einen Zeitraum von 20 min wird dem Rohsaft stufenweise Kalkmilch bis zum pH-Wert des optimalen Flockungspunktes der 10 Vorkalkung (ca. 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Saft) zugesetzt. Zur Erhöhung der Absetzgeschwindigkeit wird anschließend ein polyanionisches Flockungshilfsmittel (AN 945) zugesetzt. Der gebildete klare Überstand (Klarsaft) wird in einen Vorratsbehälter 15 abgezogen. Das gebildete Schlammsaftkonzentrat wird abgelassen und einer Membranfilterpresse oder einer Dekanterzentrifuge zugeführt.

Hauptkalkung

25 kg Klarsaft werden in den gereinigten, beheizbaren Behälter gegeben und mit Kalkmilch in einer Menge von 0,6 g CaO/100 ml Saft (herkömmliches Verfahren etwa 1,0-1,1 gCaO/100 ml Saft) versetzt. Dann wird die Safttemperatur auf 85°C erhöht. Diese Temperatur wird 20 min gehalten.

-35-

Erste Carbonatation

Durch Einleiten von CO₂ wird der pH-Wert über einen Zeitraum von 15 min auf 11,2 gesenkt.

Erste Filtration

Der carbonatisierte Saft wird in eine 30-1Drucknutsche überführt und filtriert. Der Filtrationskoeffizient des erhaltenen Schlammsaftes ist
kleiner als 0,5 s/cm², während der Filtrationskoeffizient des mittels des herkömmlichen Verfahrens
erhaltenen Schlammsaftes etwa 2 s/cm² beträgt.

Zweite Carbonatation

Der filtrierte Saft wird in den gereinigten, beheizbaren Behälter überführt und auf 95 °C erhitzt. Durch Einleiten von CO₂ wird der pH-Wert auf 9,2 gesenkt.

2. Filtration

15

20

Der carbonatisierte Saft wird in eine 30-1-Drucknutsche überführt und filtriert. Man erhält den Dünnsaft. WO 2005/042787 PCT/EP2004/012046 -36-

Patentansprüche

20

25

- 1. Verfahren zur Extraktreinigung von Zuckerrüben-Rohsaft, umfassend:
- a) Vorkalkung des Rohsaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis einer Konzentration von etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Rohsaft erreicht ist zur Fällung oder/und Koagulation von Nicht-Saccharosestoffen in Form eines Koagulats,
- b) Zugabe mindestens eines Copolymers aus Acryla10 mid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa
 5 Mio. bis etwa 22 Mio. als polyanionisches Flockungsmittel bis zu einer Konzentration von 1 bis 8
 ppm,
- c) Abtrennung des Koagulats vom Vorkalkungssaft unter Verwendung mindestens einer ersten Abtrenn-vorrichtung unter Erhalt eines klaren Vorkalkungssaftes,
 - d) Hauptkalkung des nach Abtrennung des Koagulats erhaltenen Vorkalkungssaft durch Zugabe von Kalkmilch bis eine Konzentration von etwa 0,6 g CaO/100 ml im klaren Vorkalkungssaft erreicht ist, und
 - e) Durchführung einer ersten Carbonatation durch Einleitung von Kohlendioxid in den Hauptkalkungs-saft und gegebenenfalls anschließende Durchführung einer zweiten Carbonatation.

-37-

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei 1 bis 3 ppm Flockungsmittel zugesetzt werden.
- 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei als erste Abtrennvorrichtung ein statischer oder dynamischer Dekanter verwendet wird.

5

- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei als erste Abtrennvorrichtung eine Zentrifuge verwendet wird.
- 5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei die Zentri10 fuge eine Tellerzentrifuge oder Dekanterzentrifuge ist.
 - 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei das abgetrennte Koagulat unter Verwendung einer zweiten Abtrennvorrichtung durch Abtrennung eines weiteren klaren Vorkalkungssaftes weiter aufkonzentriert wird.
 - 7. Verfahren nach Anspruch 6, wobei als zweite Abtrennvorrichtung eine oder mehrere Membranfilterpresse(n) verwendet wird.
- 20 8. Verfahren nach Anspruch 6, wobei als zweite Abtrennvorrichtung ein oder mehrere Dekanter-Zentrifuge(n) und/oder Tellerseparatoren und/oder Vakuumdrehfilter verwendet werden.
- 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, 25 wobei ein aufkonzentriertes Koagulat mit einem Trockensubstanz-Gehalt von 40% bis 70% erhalten wird.

-38-

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei die unter Verwendung der ersten und zweiten Abtrennvorrichtung erhaltenen klaren Vorkalkungssäfte vereinigt und einer Hauptkalkung unterworfen

werden.

5

10

- 11. Verfahren nach Anspruch 10, wobei der bei der Hauptkalkung erhaltene Hauptkalkungssaft durch Zugabe von Kohlendioxid einer ersten Carbonatation unter Erhalt eines ersten Schlammsaftes unterworfen wird.
- 12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei der pH-Wert des Hauptkalkungssaftes durch Zugabe von Kohlendioxid schrittweise auf 10,6 bis 11,4 abgesenkt wird.
- 13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, wobei der erste Schlammsaft mittels eines Kerzenfilters unter Erhalt eines ersten Schlammsaftkonzentrates und eines ersten klaren Carbonatations-Saftes filtriert wird.
- 14. Verfahren nach Anspruch 13, wobei ein Teil 20 des ersten Schlammsaftkonzentrates zur Vorkalkung des Rüben-Rohsaftes eingesetzt wird.
 - 15. Verfahren nach Anspruch 13, wobei der erste klare Carbonatations-Saft durch Zugabe von Kohlendioxid einer zweiten Carbonatation unter Erhalt eines zweiten Schlammsaftes unterworfen wird.
 - 16. Verfahren nach Anspruch 15, wobei der zweite Schlammsaft durch Abtrennung eines zweiten klaren

-39-

Carbonatations-Saftes mittels eines Filter-Abscheiders unter Erhalt eines zweiten Schlammsaft-konzentrates aufkonzentriert wird.

- 17. Verfahren nach Anspruch 13 und 16, wobei das erste und zweite Schlammsaftkonzentrat vereinigt und mittels einer Membranfilterpresse unter Erhalt eines Carbokalks weiter aufkonzentriert werden.
 - 18. Verfahren zur Reduzierung des Kalkverbrauches bei der Extraktreinigung von Zuckerrüben-Rohsaft, umfassend:

- a) Vorkalkung des Rohsaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Rohsaft zur Fällung oder Koagulation von Nicht-Saccharosestoffen in Form eines Koagulats,
- b) Zugabe mindestens eines Copolymers aus Acrylamid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa 5 Mio. bis etwa 22 Mio. als polyanionisches Flockungsmittel bis zu einer Konzentration von 1 bis 8 ppm,
- 20 c) Abtrennung des Koagulats vom Vorkalkungssaft unter Verwendung mindestens einer ersten Abtrennvorrichtung unter Erhalt eines klaren Vorkalkungssaftes,
- d) Hauptkalkung des nach Abtrennung des Koagulats 25 erhaltenen Vorkalkungssaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis etwa 0,6 g CaO/100 ml zum klaren Vorkalkungssaft, und

-40-

e) Durchführung einer ersten Carbonatation durch Einleitung von Kohlendioxid in den Hauptkalkungs-saft und anschließende Durchführung einer zweiten Carbonatation ohne dazwischengeschaltete Nachkalkung.

- 19. Verfahren nach Anspruch 18, wobei 1 bis 3 ppm Flockungsmittel zugegeben werden und als erste Abtrennvorrichtung ein statischer Dekanter verwendet wird.
- 10 20. Verfahren nach Anspruch 18, wobei 1 bis 8 ppm Flockungsmittel zugegeben werden und als erste Abtrennvorrichtung eine Tellerzentrifuge oder Dekanterzentrifuge verwendet wird.
- 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 20, wobei das abgetrennte Koagulat unter Verwendung einer zweiten Abtrennvorrichtung durch Abtrennung eines weiteren klaren Vorkalkungssaftes weiter aufkonzentriert wird.
- 22. Verfahren nach Anspruch 21, wobei die zweite 20 Abtrennvorrichtung eine oder mehrere Dekanter-Zentrifuge(n) und/oder Tellerseparatoren und/oder Vakuumdrehfilter oder/und eine oder mehrere Membranfilterpresse(n) umfasst.
- 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 22, wobei die unter Verwendung der ersten und zweiten Abtrennvorrichtung erhaltenen klaren Vorkalkungssäfte vereinigt und einer Hauptkalkung unterworfen werden.

-41-

24. Verfahren nach Anspruch 23, wobei der bei der Hauptkalkung erhaltene Hauptkalkungssaft durch Zugabe von Kohlendioxid einer ersten Carbonatation unter Erhalt eines ersten Schlammsaftes unterworfen wird.

- 25. Verfahren nach Anspruch 24, wobei der erste Schlammsaft mittels eines Kerzenfilters unter Erhalt eines ersten Schlammsaftkonzentrates und eines klaren Carbonatations-Saftes filtriert wird.
- 10 26. Verfahren nach Anspruch 25, wobei der erste klare Carbonatations-Saft durch Zugabe von Kohlendioxid einer zweiten Carbonatation unter Erhalt eines zweiten Schlammsaftes unterworfen wird.
- 27. Verfahren zur Herstellung eines nährstoffreithen Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates aus Zuckerrüben-Rohsaft, umfassend:
- a) Vorkalkung des Rohsaftes durch Zugabe von Kalkmilch bis etwa 0,1 bis 0,3 g CaO/100 ml Rohsaft zur Fällung oder Koagulation der im Rohsaft enthal20 tenen Nicht-Saccharosestoffe in Form eines Koagulats,
- b) Zugabe mindestens eines Copolymers aus Acrylamid und Natriumacrylat mit einer Molmasse von etwa
 5 Mio. bis etwa 22 Mio. als polyanionisches Flockungsmittel bis zu einer Konzentration von 1 bis 8
 ppm,

- c) Abtrennung des Koagulats vom Vorkalkungssaft unter Verwendung mindestens einer ersten Abtrennvorrichtung.
- 28. Verfahren nach Anspruch 27, wobei es sich bei den im Rohsaft enthaltenen Nicht-Saccharosestoffen um hochmolekulare Eiweißstoffe, Polysaccharide und Zellwandbestandteile sowie niedrigmolekulare organische oder anorganische Säuren, Aminosäuren und mineralische Stoffe handelt:
- 10 29. Verfahren nach Anspruch 28, wobei es sich bei den Zellwandbestandteilen um Pectinstoffe, Lignin, Cellulose und Hemicellulose handelt.
 - 30. Verfahren nach Anspruch 28, wobei es sich bei den Polysacchariden um Lävan und Dextran handelt.
- 15 31. Verfahren nach Anspruch 28, wobei es sich bei den Eiweißstoffen um Proteine, Nucleoproteine und Betain handelt.
 - 32. Verfahren nach einem der Ansprüche 28 bis 31, wobei 1 bis 3 ppm Flockungsmittel zugesetzt werden.
- 20 33. Verfahren nach Anspruch 32, wobei als erste Abtrennvorrichtung ein statischer oder dynamischer Dekanter verwendet wird.

25

34. Verfahren nach einem der Ansprüche 27 bis 31, wobei als erste Abtrennvorrichtung eine Tellerzent-rifuge oder Dekanterzentrifuge verwendet wird.

- 35. Verfahren nach einem der Ansprüche 27 bis 34, wobei das abgetrennte Koagulat unter Verwendung einer zweiten Abtrennvorrichtung weiter aufkonzentriert wird.
- 36. Verfahren nach Anspruch 35, wobei die zweite Abtrennvorrichtung eine oder mehrere Dekanter-Zentrifuge(n) und/oder Tellerseparator(en) und/oder Vakuumdrehfilter und/oder eine Membranfilterpresse(n) umfasst.
- 10 37. Verfahren nach einem der Ansprüche 27 bis 36, wobei ein aufkonzentriertes Koagulat mit einem Trockensubstanz-Gehalt von 40% bis 70% erhalten wird.
- 38. Verfahren nach Anspruch 37, wobei das aufkonzentrierte Koagulat zerkleinert und getrocknet
 wird.
- Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat, 39. umfassend entwässertes ein Koagulat von Nicht-Saccharosestoffen aus Zuckerrüben-Rohsaft, erhältlich unter Verwendung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 17 oder eines Verfahrens nach 20 einem der Ansprüche 27 bis 38 durch Vorkalkung des Rohsaftes unter Zugabe von Kalkmilch und einem Flockungsmittel zur Fällung oder Koagulation Nicht-Saccharose-stoffen und Abtrennung der trennten oder koagulierten Nicht-Saccharosestoffen 25 vom Rohsaft.
 - 40. Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat nach Anspruch 39, wobei es sich bei den Nicht-

-44-

Saccharosestoffen um hochmolekulare Eiweißstoffe, Polysaccharide und Zellwandbestandteile sowie niedrigmolekulare organische oder anorganische Säuren, Aminosäuren und mineralische Stoffe handelt.

- 5 41. Nicht-Saccharosestoff-Konzentrat nach Anspruch 39 oder 40, wobei das Konzentrat einen hohen Phosphor-Anteil aufweist.
- 42. Verwendung eines Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates nach einem der Ansprüche 39 bis 41 als 10 Düngemittel oder Bodenverbesserer.
 - 43. Verwendung eines Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates nach einem der Ansprüche 39 bis 41 als Futtermittel.
- 44. Verwendung nach Anspruch 43, wobei das NichtSaccharosestoff-Konzentrat zerkleinert, mit Melasse
 gemischt und getrocknet wird.
- Vorrichtung zur Vorkalkung von Zuckerrüben-45. und/oder Rohsaft Gewinnung eines zur Nicht-Saccharosestoff-Konzentrates, das aus einem konzentrierten Koagulat von Nicht-Saccharosestoffen . 20 aus Zuckerrüben-Rohsaft besteht, umfassend mindestens einen Behälter (3) zur Kalkmilch-Behandlung des Rohsaftes zur Koagulation der im Rohsaft enthaltenen Nicht-Saccharosestoffe, der mindestens einen Einlauf (5) für den Rohsaft, mindestens einen 25 Einlauf (7) für Kalkmilch und einen Ablauf (9) zum Austrag des vorgekalkten Rohsaftes aufweist, und mindestens eine erste Abtrennvorrichtung (11) zur

-45-

Abtrennung des bei der Vorkalkung erhaltenen Koagulatschlammes vom Vorkalkungssaft, wobei die Abtrennvorrichtung einen mit dem Ablauf (9) des Behälters verbundenen Einlauf (13) für den Vorkalkungssaft, einen ersten Ablauf (15) zum Austrag des
vom Koagulatschlamm abgetrennten klaren Vorkalkungssaftes und einen zweiten Ablauf (17) zum Austrag des Koagulatschlamms aufweist.

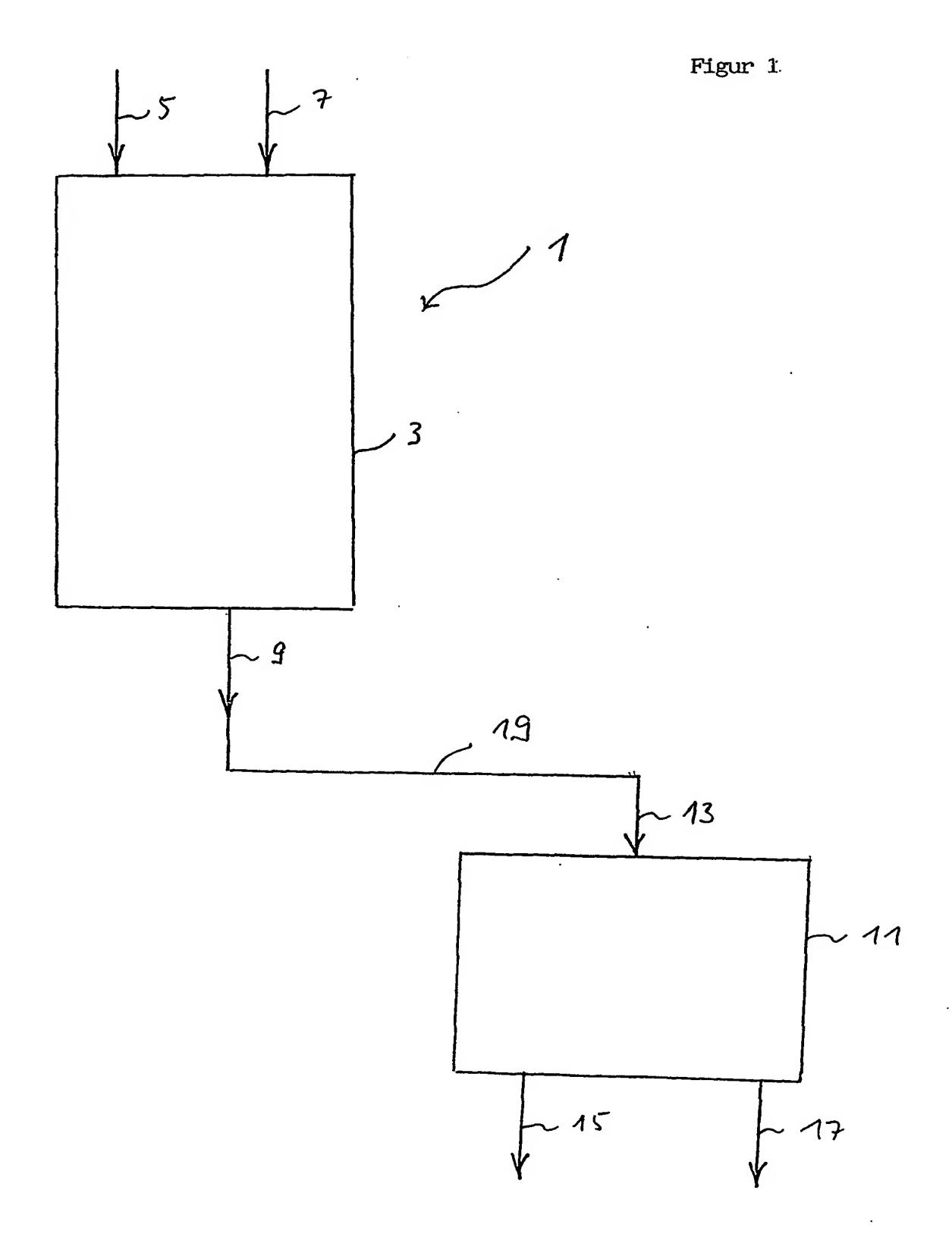
- 46. Vorrichtung nach Anspruch 45, wobei die erste

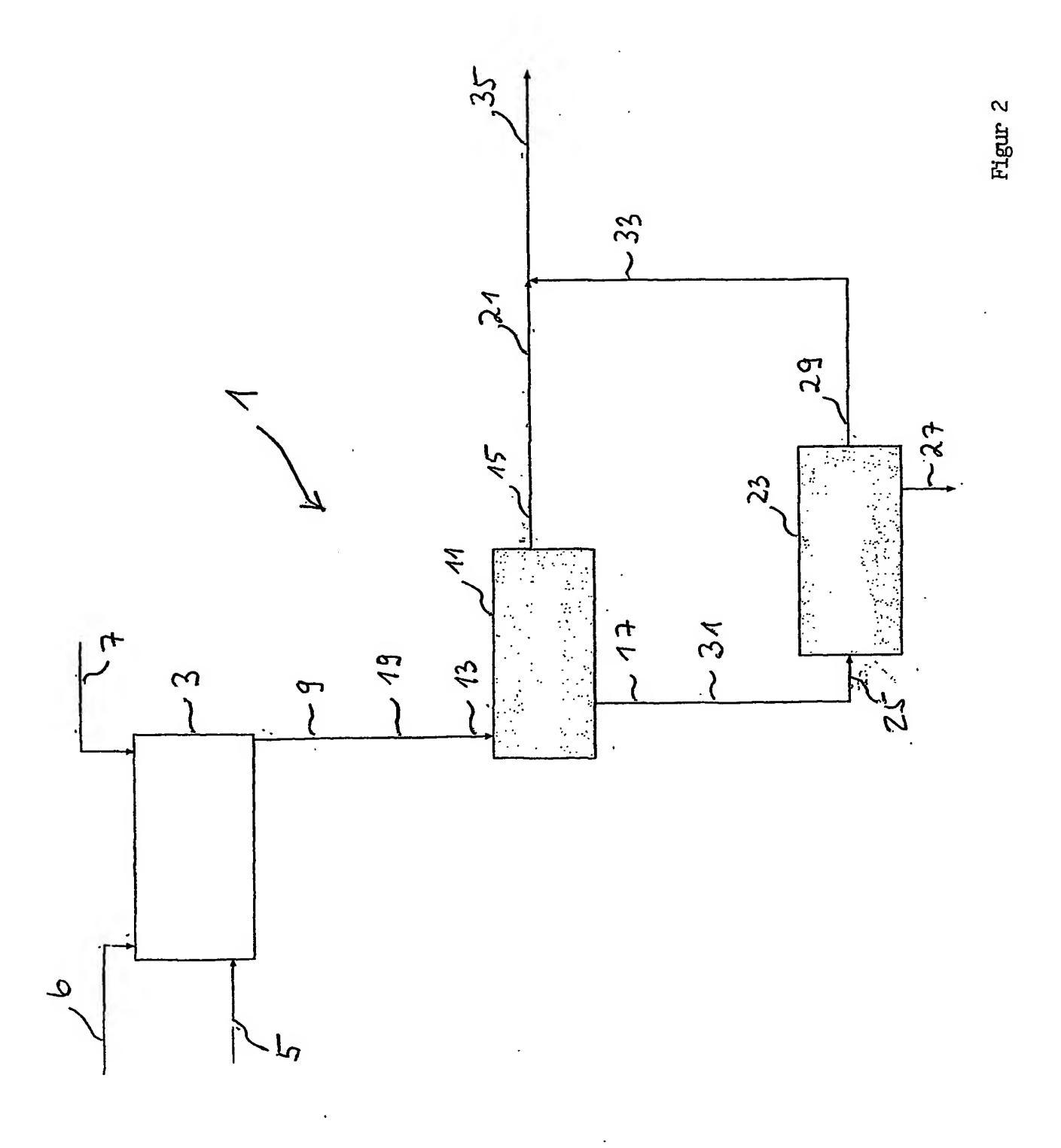
 10 Abtrennvorrichtung ein statischer oder dynamischer

 Dekanter oder eine Zentrifuge ist.
 - 47. Vorrichtung nach Anspruch 45 oder 46, wobei die Zentrifuge eine Tellerzentrifuge oder Dekanterzentrifuge ist.
- 48. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 45 bis 47, wobei der zweite Ablauf der ersten Abtrennvorrichtung über eine Zuleitung mit einer zweiten Abtrennvorrichtung zur weiteren Aufkonzentrierung des Koagulatschlamms verbunden ist.
- 20 49. Vorrichtung nach Anspruch 48, wobei die zweite Abtrennvorrichtung einen Einlauf für den aus der ersten Abtrennvorrichtung ausgetragenen Koagulatschlamm, einen ersten Ablauf zum Austrag des bei der Koagulatschlamm-Aufkonzentrierung erhaltenen klaren Vorkalkungssaft und einen zweiten Auslauf zum Austrag des aufkonzentrierten Koagulatschlamms aufweist.

-46-

- 50. Vorrichtung nach Anspruch 48 oder 49, wobei die zweite Abtrennvorrichtung eine oder mehrere Membranfilterpresse(n) oder mindestens eine Zentrifuge oder Vakuumdrehfilter umfasst.
- 5 51. Vorrichtung nach Anspruch 50, wobei es sich bei der Zentrifuge um einen Tellerseparator oder eine Dekanter-Zentrifuge handelt.





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intentional Application No PCT/EP2004/012046

	PIO 1 MONI ON OLID 1 MODELLA PARTIE			
A. CLASSI IPC 7	FICATION OF SUBJECT MATTER C13D3/06 C13D3/12	•		
According to	o International Patent Classification (IPC) or to both national classific	cation and IPC		
	SEARCHED		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
	ocumentation searched (classification system followed by dassification	tion symbols)		
Documental	tion searched other than minimum documentation to the extent that	such documents are included in the fields so	earched	
Electronic d	ata base consulted during the international search (name of data b	ase and, where practical, search terms used	i)	
EPO-In	ternal, WPI Data, FSTA, PAJ			
C. DOCUMI	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category °	Citation of document, with Indication, where appropriate, of the re	elevant passages	Relevant to claim No.	
X	US 3 806 364 A (GASCO M,IT) 23 April 1974 (1974-04-23) column 4, line 20 - column 5, li claims 1,6,7; examples 1-4	ne 13;	1-51	
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199841 Derwent Publications Ltd., Londo Class D17, AN 1998-479717 XP002317956 & RU 2 105 817 C1 (UVAROSAKHAR S 27 February 1998 (1998-02-27) abstract	TOCK CO)	1-51	
		_/		
	her documents are listed in the continuation of box C.	χ Patent family members are listed	in annex.	
 Special categories of cited documents: 'A' document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance 		T later document published after the inte or priority date and not in conflict with cited to understand the principle or th invention	the application but	
filing o		"X" document of particular relevance; the cannot be considered novel or canno	t be considered to	
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or 		involve an inventive step when the do "Y" document of particular relevance; the cannot be considered to involve an indocument is combined with one or me	claimed invention	
other of the other	means ent published prior to the international filing date but han the priority date claimed	ments, such combination being obvious in the art. *& document member of the same patent	ous to a person skilled	
	actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report		
1	6 February 2005	04/03/2005		
Name and r	mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2	Authorized officer		
	NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fæx: (+31–70) 340–3016	Tallgren, A		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interitional Application No PCT/EP2004/012046

C (Continue	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	PC1/EP2004/012046
Category °		Relevant to claim No.
X	US 4 009 706 A (SHAUGHNESSEY ET AL) 1 March 1977 (1977-03-01) claims 1,8; examples 1,2 column 2, lines 26-46 column 3, lines 31-43	27-51
X	WO 99/24623 A (SUED-CHEMIE AG; MARTINEZ REYES, CARLOS; ORTIZ NIEMBRO, JOSE ANTONIO; C) 20 May 1999 (1999-05-20) example 5	27-51
X	US 4 288 551 A (GUDNASON ET AL) 8 September 1981 (1981-09-08) claims 23,36	27-51
	GB 2 136 446 A (THE * COCA-COLA COMPANY) 19 September 1984 (1984-09-19) claims 1,17; examples 1-12	27-51

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

■nformation on patent family members

PCT/EP2004/012046

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
US 3806364	A	23-04-1974	IT BE CA DE FR GB NL	1050120 B 775198 A1 983923 A1 2156313 A1 2113944 A5 1376725 A 7115719 A	10-03-1981 01-03-1972 17-02-1976 25-05-1972 30-06-1972 11-12-1974 16-05-1972
RU 2105817	C1	27-02-1998	NONE		
US 4009706	Α	01-03-1977	AU CA DE FR GB JP NL	512117 B2 2553477 A 1086314 A1 2727324 A1 2355066 A1 1575933 A 52156940 A 7706706 A	25-09-1980 30-11-1978 23-09-1980 29-12-1977 13-01-1978 01-10-1980 27-12-1977 20-12-1977
WO 9924623	A	20-05-1999	DE AU WO ZA	19748494 A1 2151599 A 9924623 A2 9809833 A	06-05-1999 31-05-1999 20-05-1999 28-04-1999
US 4288551	A	08-09-1981	NONE		
GB 2136446	A	19-09-1984	NONE	- 	ف بن سرم ب ۳۰۰ م م م ما ۳۰ ان ان س

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Interplonales Aktenzeichen PCI/EP2004/012046

A. KLASSII IPK 7	FIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES C13D3/06 C13D3/12						
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK							
B. RECHE	RCHIERTE GEBIETE						
Recherchier IPK 7	ter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbo C13D	ole)					
Recherchier	te aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, so	weit diese unter die recherchierten Gebiete	fallen				
Während de	er Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (N	ame der Datenhank und eut vorwondste S	Suchhaariife)				
	ternal, WPI Data, FSTA, PAJ						
C. ALS WE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN						
Kalegorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabi	e der In Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.				
X	US 3 806 364 A (GASCO M,IT) 23. April 1974 (1974-04-23) Spalte 4, Zeile 20 - Spalte 5, Ze Ansprüche 1,6,7; Beispiele 1-4	rile 13;	1-51				
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199841 Derwent Publications Ltd., London Class D17, AN 1998-479717 XP002317956 & RU 2 105 817 C1 (UVAROSAKHAR ST 27. Februar 1998 (1998-02-27) Zusammenfassung		1-51				
	tere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu ehmen	X Slehe Anhang Patentfamille					
 Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den aligemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeidedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum aber nach 		 'T' Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeidedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist 'X' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden 'Y' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist '&' Veröffentlichung, die Mitglied derseiben Patentfamilie ist 					
	Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des Internationalen Re	cherchenberichts				
1	6. Februar 2005	04/03/2005					
Name und F	Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk	Bevoltmächtigter Bediensteter					
]	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni, Fax: (+31-70) 340-3016	Tallgren, A					

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter pnales Akter	nzelchen
PCT/EP2004/	012046

		PU I/EPZU	04/012046
C.(Fortsetz	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie®	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komme	enden Teile	Betr. Anspruch Nr.
χ .	US 4 009 706 A (SHAUGHNESSEY ET AL) 1. März 1977 (1977-03-01) Ansprüche 1,8; Beispiele 1,2 Spalte 2, Zeilen 26-46 Spalte 3, Zeilen 31-43		27-51
X	WO 99/24623 A (SUED-CHEMIE AG; MARTINEZ REYES, CARLOS; ORTIZ NIEMBRO, JOSE ANTONIO; C) 20. Mai 1999 (1999-05-20) Beispiel 5		27-51
X	US 4 288 551 A (GUDNASON ET AL) 8. September 1981 (1981-09-08) Ansprüche 23,36		27-51
X	GB 2 136 446 A (THE * COCA-COLA COMPANY) 19. September 1984 (1984-09-19) Ansprüche 1,17; Beispiele 1-12		27-51
		•	

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Interprales Aktenzeichen PCT/EP2004/012046

Im Recherchenberich ngeführtes Patentdoku		Datum der Veröffentlichung	1	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 3806364	A	23-04-1974	IT	1050120 B	10-03-1981
			BE	775198 A1	01-03-1972
			CA	983923 A1	. 17-02-1976
			DE	2156313 A1	25-05-1972
			FR	2113944 A5	30-06-1972
			GB	1376725 A	11-12-1974
~ · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			NL	7115719 A	16-05-1972
RU 2105817	C1	27-02-1998	KEINE		
US 4009706	A	01-03-1977	AU	512117 B2	25-09-1980
			AU	2553477 A	30-11-1978
			CA	1086314 A1	23-09-1980
			DE	2727324 A1	29-12-1977
			FR	2355066 A1	13-01-1978
			GB	1575933 A	01-10-1980
			JP	52156940 A	27-12-1977
			NL 	7706706 A	20-12-1977
WO 9924623	Α	20-05-1999	DE	19748494 A1	06-05-1999
			AU	2151599 A	31-05-1999
			WO	9924623 A2	20-05-1999
	۔۔۔ محصد جم سے جانے		ZA	9809833 A	28-04-1999
US 4288551	A	08-09-1981	KEINE		
GB 2136446	A	19-09-1984	KEINE		دهم _ا سترنشان اسنهٔ منسا مسهوس بسم ججو هيو، بانتا انتاا الحال الحال الخالات ال